

## Metode uji standar untuk titik tuang produk minyak bumi

### *Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products*

(ASTM D97-09, IDT)





© ASTM – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



*"This Standard is identical to **ASTM D 97-09, Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA.*

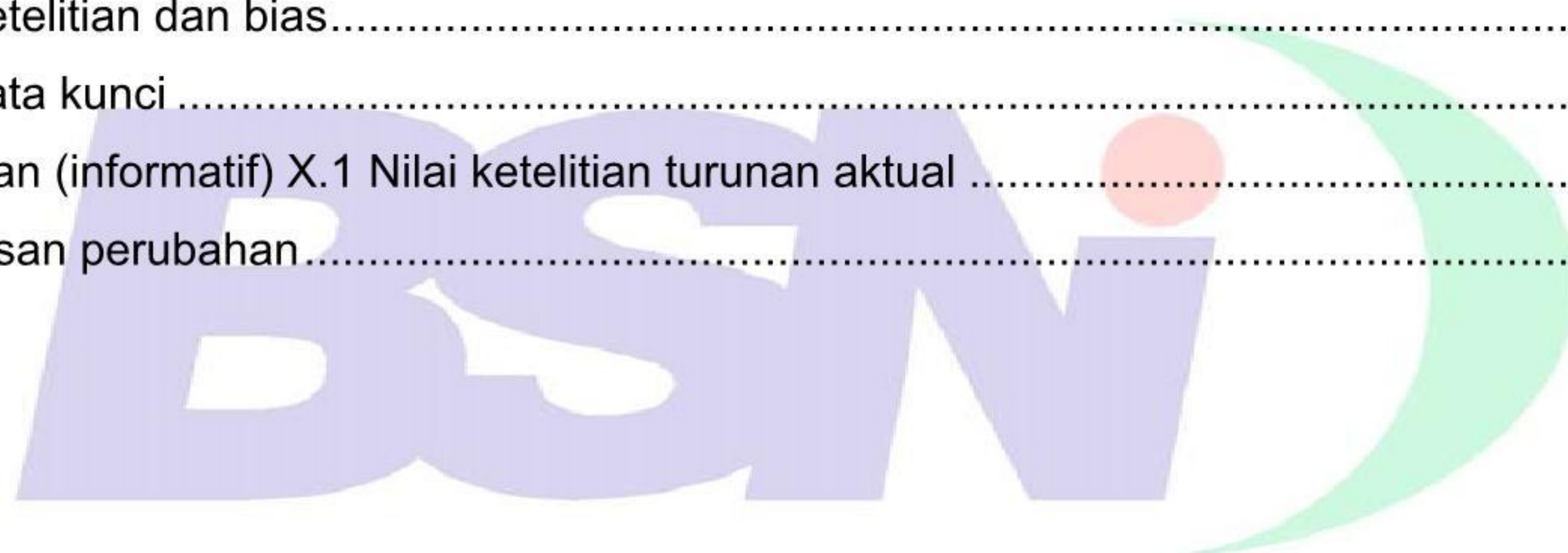
*Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8239:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Acuan normatif .....	2
3 Istilah dan definisi .....	3
4 Ringkasan metode uji .....	4
5 Arti dan kegunaan .....	4
6 Peralatan.....	4
7 Pereaksi dan bahan .....	6
8 Prosedur .....	7
9 Perhitungan dan pelaporan.....	10
10 Ketelitian dan bias.....	10
11 Kata kunci .....	12
Lampiran (informatif) X.1 Nilai ketelitian turunan aktual .....	13
Ringkasan perubahan.....	13





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Metode uji standar untuk titik tuang produk minyak bumi* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D97-09, *Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products*, dengan metode terjemahan.

SNI ini disusun untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 22-23 November 2012 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ASTM D97-09 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.







## Metode uji standar untuk titik tuang produk minyak bumi<sup>1</sup>

## Standard test method for pour point of petroleum products<sup>1</sup>

### 1 Ruang lingkup

1.1 Metode uji ini dimaksudkan untuk digunakan pada produk petroleum<sup>2</sup>. Prosedur ini sesuai untuk sampel uji minyak hitam, *cylinder stock* dan minyak bakar non distilat, seperti diuraikan dalam subpasal 8.8. Prosedur titik kabut yang sebelumnya merupakan bagian dari metode uji ini sekarang menjadi Metode Uji D2500.

1.2 Saat ini tidak ada metode uji ASTM untuk Metode Uji D97 bagi pengukuran titik tuang secara otomatis.

1.3 Ada beberapa metode uji ASTM yang menawarkan prosedur-prosedur alternatif untuk menentukan titik tuang dengan alat otomatis. Tidak ada satu pun dari prosedur tersebut menggunakan angka penandaan yang sama dengan Metode Uji D97. Bila alat otomatis digunakan, angka penandaan metode uji ASTM yang spesifik untuk teknik pengujian harus dilaporkan bersama hasilnya. Prosedur untuk pengujian titik tuang minyak mentah diuraikan dalam Metode Uji D5853.

<sup>1</sup> Metode uji ini di bawah yurisdiksi ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants dan di bawah tanggung jawab langsung dari Subcommittee D02.07 on Flow Properties.

Edisi terbaru disetujui 15 April 2009. Dipublikasikan April 2009. Pertama kami disetujui tahun 1927, menggantikan D47. Edisi terakhir sebelumnya disetujui tahun 2008 sebagai D97-08.

Dalam IP, metode uji ini di bawah yurisdiksi Standardization Committee. Metode uji ini diadopsi dari gabungan standar ASTM-IP pada tahun 1965. DOI: 10.1520/D0097-09.

<sup>2</sup> Pernyataan definisi pengujian ini dan kegunaannya bila digunakan untuk minyak isolasi listrik yang berasal dari minyak mineral dapat ditemukan dalam Panduan D 117.

\* Ringkasan perubahan dijelaskan pada bagian akhir standar ini.

### 1 Scope

1.1 This test method is intended for use on any petroleum product<sup>2</sup>. A procedure suitable for black specimens, cylinder stock, and non distillate fuel oil is described in 8.8. The cloud point procedure formerly part of this test method now appears as Test Method D2500.

1.2 Currently there is no ASTM test method for automated Test Method D97 pour point measurements.

1.3 Several ASTM test methods offering alternative procedures for determining pour points using automatic apparatus are available. None of them share the same designation number as Test Method D97. When an automatic instrument is used, the ASTM test method designation number specific to the technique shall be reported with the results. A procedure for testing the pour point of crude oils is described in Test Method D5853.

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-2 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.07 on Flow Properties.

Current edition approved April 15, 2009. Published April 2009. Originally approved in 1927, replacing D47. Last previous edition approved in 2008 as D97-08.

In the IP, this test method is under the jurisdiction of the Standardization Committee. This test method was adopted as a joint ASTM-IP Standard in 1965. DOI: 10.1520/D0097-09.

<sup>2</sup> Statements defining this test and its significance when applied to electrical insulating oils of mineral origin will be found in Guide D 117.

\* A Summary of Changes section appears at the end of this standard.





1.4 Nilai yang dinyatakan dalam satuan SI dianggap sebagai standar. Tidak ada satuan pengukuran lain yang digunakan dalam standar ini.

1.5 Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan, jika ada, yang berhubungan dengan penggunaannya. Adalah tanggung jawab pengguna dari standar ini untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan kerja yang tepat dan menentukan penerapan batas-batas peraturan sebelum menggunakan standar ini

## 2 Acuan normatif

### 2.1 Standar ASTM<sup>3</sup>

D117, *Guide for Sampling, Test Methods, and Specifications for Electrical Insulating Oils of Petroleum Origin*

D396, *Specification for Fuel Oils*

D2500, *Test Method for Cloud Point of Petroleum Products*

D5853, *Test Method for Pour Point of Crude Oils*

D6300, *Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants*

E1, *Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers*

### 2.2 Standar Energy Institute:

*Specifications for IP Standard Thermometers*<sup>4</sup>

<sup>3</sup> Acuan standar ASTM, kunjungi *website* ASTM, [www.astm.org](http://www.astm.org), atau hubungi Layanan Konsumen ASTM pada [service@astm.org](mailto:service@astm.org). Untuk informasi volume Buku Tahunan Standar Standar ASTM, mengacu pada halaman *Document Summary* di *website* ASTM.

<sup>4</sup> Metode untuk Analisis dan Pengujian, IP Standards for Petroleum and its products, Part I. Vol 2.

1.4 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.5 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

## 2 Referenced documents

### 2.1 ASTM Standards<sup>3</sup>

D117, *Guide for Sampling, Test Methods, and Specifications for Electrical Insulating Oils of Petroleum Origin*

D396, *Specification for Fuel Oils*

D2500, *Test Method for Cloud Point of Petroleum Products*

D5853, *Test Method for Pour Point of Crude Oils*

D6300, *Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants*

E1, *Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers*

### 2.2 Energy Institute Standards :

*Specifications for IP Standard Thermometers*<sup>4</sup>

<sup>3</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

<sup>4</sup> Methods for Analysis and Testing. IP Standards for Petroleum and its products, Part I. Vol 2.



### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1 Istilah dan definisi

##### 3.1.1

##### **minyak hitam**

pelumas yang mengandung bahan aspalthene. Minyak hitam digunakan untuk peralatan tugas berat seperti dalam pertambangan dan mineral, dimana diperlukan bahan perekat ekstra.

##### 3.1.2

##### **cylinder stock**

pelumas untuk pelumasan silinder mesin secara bebas, seperti mesin uap dan kompresor udara. *Cylinder stock* bisa juga digunakan untuk pelumasan katup dan komponen lain dalam silinder.

##### 3.1.3

**titik tuang**— dalam produk petroleum temperatur terendah pada saat sampel uji masih mengalir dalam kondisi uji yang telah ditentukan.

##### 3.1.4

##### **bahan bakar residu**

bahan bakar cair yang berasal dari bagian dasar distilasi minyak mentah atau perengkahan panas, kadang-kadang dianggap juga sebagai *heavy fuel oil*.

3.1.4.1 Diskusi—Bahan bakar residu terdiri dari minyak bahan bakar kelas 4, 5 dan 6, seperti yang dicantumkan dalam spesifikasi D 396.

### 3 Terminology

#### 3.1 Definitions:

##### 3.1.1

##### **black oil**

lubricant containing asphaltic materials. Black oils are used in heavy-duty equipment applications, such as mining and quarrying, where extra adhesive-ness is desired.

##### 3.1.2

##### **cylinder stock**

lubricant for independently lubricated engine cylinders, such as those of steam engines and air compressor. Cylinder stock are also used for lubrication of valves and other elements in the cylinder area.

##### 3.1.3

**pour point**, n—in petroleum products the lowest temperature at which movement of the test specimen is observed under prescribed conditions of test.

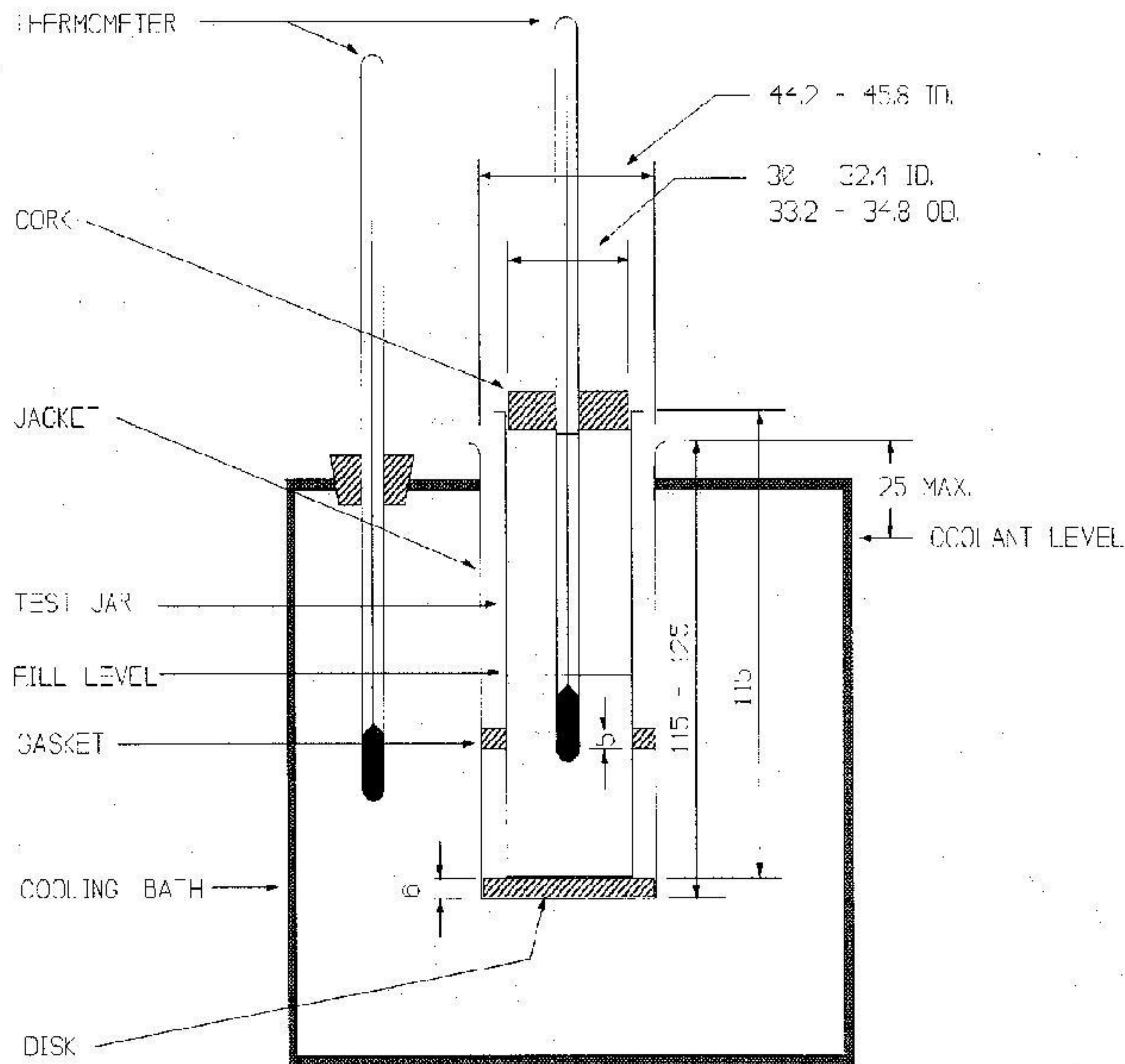
##### 3.1.4

##### **residual fuel**

a liquid fuel containing bottoms remaining from crude distillation or thermal cracking: some times referred to as heavy fuel oil.

3.1.4.1 Discussion—Residual fuels comprise Grades 4, 5 and 6 fuel oils, as defined in Specification D 396.





**CATATAN** Dimensi dalam milimeter (bukan skala).  
**NOTE** Dimension are in millimetres (not to scale).

**Gambar 1 - Peralatan untuk pengujian titik tuang**  
**Fig.1 - Apparatus for pour point test**

#### 4 Ringkasan metode uji

4.1 Setelah dipanaskan, sampel didinginkan dengan laju pendinginan tertentu dan diperiksa sifat alirnya setiap 3 °C. Temperatur terendah pada saat sampel uji masih mengalir dicatat sebagai titik tuang

#### 5 Arti dan kegunaan

5.1 Titik tuang sampel uji petroleum merupakan indeks temperatur terendah untuk penggunaan tertentu

#### 6 Peralatan

6.1 Tabung uji, gelas silinder jernih, dengan dasar rata, ukuran diameter luar 33,2 sampai

#### 4 Summary of test method

4.1 After preliminary heating, the sample is cooled at a specified rate and examined at intervals of 3 °C for flow characteristics. The lowest temperature at which movement of the specimen is observed is recorded as the pour point.

#### 5 Significance and use

5.1 The pour point of a petroleum specimen is an index of the lowest temperature of its utility for certain applications.

#### 6 Apparatus

6.1 Test jar, cylindrical, of clear glass, flat bottom 33,2 to 34,8-mm outside diameter,



34,8 mm, dan tinggi 115 sampai 125 mm. Diameter dalam tabung uji berkisar dari 30 sampai 32,4 mm, dengan ketentuan bahwa tebal dinding tidak melebihi 1,6 mm. Untuk menunjukkan tinggi sampel, tabung uji ditandai dengan garis pada ketinggian  $(54 \pm 3)$  mm dari dasar. Lihat Gambar 1.

and 115 to 125 mm in height. The inside diameter of the jar can range from 30,0 to 32,4 mm, within the constraint that the wall thickness be no greater than 1.6 mm. The jar shall have a line to indicate a sample height  $(54 \pm 3)$  mm above the inside bottom. See Fig. 1

6.2 Termometer, mempunyai rentang dan memenuhi persyaratan Spesifikasi E1 untuk termometer seperti di bawah ini:

6.2 Thermometers, having the following ranges and conforming to requirements prescribed in Specification E1 for thermometers:

Termometer <i>Thermometer</i>	Rentang temperatur <i>Temperature range</i>	Nomor termometer <i>Thermometer number</i>	
		ASTM	IP
Kabut dan tuang tinggi <i>High cloud and pour</i>	-38 to + 50 °C	5C	1C
Kabut dan tuang rendah <i>Low cloud and pour</i>	-80 to + 20 °C	6C	2C
Titik leleh <i>Melting point</i>	+32 to + 127 °C	61C	63C

6.2.1 Ketika cairan dalam kolom termometer putus dan tidak dapat mendeteksi temperatur, maka termometer sebaiknya langsung diperiksa sebelum dipakai untuk pengujian dan hanya digunakan jika ketepatan pengukuran titik tuang  $\pm 1$  °C (misalnya titik beku).

6.2.1 Since separation of liquid column thermometers occasionally occurs and may escape detection, thermometers should be checked immediately prior to the test and used only if they prove accurate within the pour point  $\pm 1$  °C (for example ice point).

6.3 Gabus, untuk penutup tabung uji, diberi lobang untuk termometer.

6.3 Cork, to fit the test jar, bored centrally for the test thermometer.

6.4 Selubung, kedap air, berbentuk silinder, logam, dasar rata, kedalaman  $(115 \pm 3)$  mm, dengan diameter dalam 44,2 sampai 45,8 mm. Selubungharus disangga pada posisi tegak lurus dalam bak pendingin (lihat subpasal 6.7) tidak menonjol melebihi 25 mm dari media pendingin dan harus dapat dibersihkan.

6.4 Jacket, watertight, cylindrical, metal, flat-bottomed,  $(115 \pm 3)$  mm depth, with inside diameter of 44,2 to 45,8 mm. It shall be supported in a vertical position in the cooling bath (see 6.7) so that not more than 25 mm projects outs of the cooling medium, and shall be capable of being cleaned.

6.5 Cakram, gabus atau kain laken dengan ketebalan 6 mm, sebagai alas pada dasar selubung.

6.5 Disk, cork or felt, 6 mm thick to fit loosely inside the jacket.

6.6 *Gasket*, terpasang pas di bagian luar tabung uji dan agak longgar dalam selubung. Gasket terbuat dari karet, kulit, atau bahan kain lain yang cukup elastis untuk mengikat tabung uji dan cukup keras menjaga bentuknya. Kegunaannya adalah untuk menjaga tabung uji tidak langsung

6.6 Gasket, to fit snugly around the outside of the test jar and loosely inside the jacket. The gasket may be made of rubber, leather, or other material that is elastic enough to cling to the test jar and hard enough to hold its shape. Its purpose is to prevent the test jar from touching the jacket.



menyentuh selubung.

6.7 Penangas, dijaga pada temperatur tertentu yang dilengkapi penyangga untuk menjaga selubung agar tegak lurus. Temperatur *penangas* yang diinginkan dapat diperoleh dengan pendinginan (*refrigeration*) jika tersedia, cara lain dengan menggunakan campuran pendingin yang sesuai. Campuran pendingin umumnya digunakan untuk menurunkan temperatur ditunjukkan sebagai berikut

6.7 Bath or baths, maintains at prescribed temperatures with a firm support to hold the jacket vertical. The required bath temperatures may be obtained by refrigeration if available, otherwise by suitable cooling mixtures. Cooling mixtures commonly used for temperatures down to those shown are as follows:

	Temperatur penangas <i>Bath Temperature</i> (0 ± 1,5) °C
Es dan air <i>Ice and water</i>	
Es curah dan kristal natrium klorida atau aseton atau minyak nafta (lihat Pasal 7) dengan karbon dioksida padat yang ditambahkan untuk mendapatkan temperatur yang diinginkan <i>Crushed ice and sodium chloride crystals or acetone or petroleum naphtha (see Section 7) with solid carbon dioxide added to give the desired temperature</i>	(-18 ± 1,5) °C
Aseton atau minyak nafta (lihat Pasal 7) dengan karbon dioksida padat yang ditambahkan untuk mendapatkan temperatur yang diinginkan <i>Acetone or petroleum naphtha (see Section 7) with solid carbon dioxide added to give the desired temperature</i>	(-33 ± 1,5) °C
Aseton atau minyak nafta (lihat Pasal 7) dengan karbon dioksida padat yang ditambahkan untuk mendapatkan temperatur yang diinginkan <i>Acetone or petroleum naphtha (see Section 7) with solid carbon dioxide added to give the desired temperature</i>	(-51 ± 1,5) °C
Aseton atau minyak nafta (lihat Pasal 7) dengan karbon dioksida padat yang ditambahkan untuk mendapatkan temperatur yang diinginkan <i>Acetone or petroleum naphtha (see Section 7) with solid carbon dioxide added to give the desired temperature</i>	(-69 ± 1,5) °C

## 7 Pereaksi dan bahan

7.1 Berikut ini adalah pelarut teknis yang dapat dipakai sebagai penangas temperatur rendah.

7.1.1 Aseton, (**Peringatan**—Sangat mudah menyala).

7.1.2 Alkohol, Etanol (**Peringatan**—Mudah menyala).

## 7 Reagents and materials

7.1 The following solvents of technical grade are appropriate for low-temperature bath media.

7.1.1 Acetone (**Warning**—Extremely flammable).

7.1.2 Alcohol, Ethanol (**Warning**—Flammable).



7.1.3 Alkohol, Metanol (**Peringatan**—Mudah menyala, uap berbahaya).

7.1.4 Petroleum Naphtha (**Peringatan**—Mudah terbakar, uap berbahaya).

7.1.5 Karbon dioksida padat (**Peringatan**—Sangat dingin  $-78,5^{\circ}\text{C}$ ).

7.1.3 Alcohol, Methanol (**Warning**—Flammable. Vapor harmful).

7.1.4 Petroleum Naphtha (**Warning**—Combustible. Vapor harmful).

7.1.5 Solid Carbon Dioxide (**Warning**—Extremely cold  $-78.5^{\circ}\text{C}$ ).

## 8 Prosedur

8.1 Tuangkan sampel uji kedalam tabung uji sampai tanda batas. Bila perlu, panaskan sampel uji dalam penangas air sampai cukup dapat mengalir untuk dituangkan ke tabung uji.

**CATATAN 1** Diketahui bahwa beberapa material, bila di-panaskan pada temperatur lebih tinggi dari  $45^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam sebelum pengujian, tidak menghasilkan titik tuang yang sama bila disimpan pada temperatur kamar selama 24 jam sebelum dilakukan pengujian. Contoh material yang diketahui menunjukkan kepekaan terhadap pemanasan sebelumnya adalah bahan bakar residu, *black oils* dan *cylinder stocks*.

8.1.1 Sampel-sampel bahan bakar residu, *black oils* dan *cylinder stocks* yang sudah dipanaskan pada temperatur lebih tinggi dari  $45^{\circ}\text{C}$  dalam waktu 24 jam sebelumnya, atau jika riwayat pemanasan sampel sebelumnya tidak diketahui, harus disimpan pada temperatur kamar selama 24 jam sebelum pengujian. Sampel-sampel yang diketahui oleh operator tidak peka terhadap pemanasan sebelumnya tidak perlu disimpan pada temperatur kamar selama 24 jam sebelum pengujian.

8.1.2 Bukti percobaan yang mendukung penghapusan periode tunggu 24 jam untuk beberapa jenis sampel ada dalam laporan penelitian.<sup>5</sup>

<sup>5</sup> Data pendukung telah dibukukan pada ASTM Headquarters dan dapat diperoleh dengan mengajukan permohonan *Research Report D02-1377*.

## 8. Procedure

8.1 Pour the specimen into the test jar to the level mark. When necessary, heat the specimen in a water bath until it is just sufficiently fluid to pour into the test jar.

**NOTE 1** It is known that some materials, when heated to a temperature higher than  $45^{\circ}\text{C}$  during the preceding 24 h, do not yield the same pour point results as when they are kept at room temperature for 24 h prior to testing. Examples of materials which are known to show sensitivity to thermal history are residual fuels, black oils, and cylinder stocks.

8.1.1 Samples of residual fuels, black oils, and cylinder stocks which have been heated to a temperature higher than  $45^{\circ}\text{C}$  during the preceding 24 h, or when the thermal history of these sample types is not known, shall be kept at room temperature for 24 h before testing. Samples which are known by the operator not to be sensitive to thermal history need not be kept at room temperature for 24 h before testing.

8.1.2 Experimental evidence supporting elimination of the 24-h waiting period for some sample types is contained in a research report.<sup>5</sup>

<sup>5</sup> Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report D02-1377.



8.2 Tutup tabung uji dengan gabus yang dilengkapi termometer tuang tinggi (Subpasa 5.2). Jika titik tuangnya di atas 36 °C, gunakan termometer yang mempunyai rentang lebih tinggi seperti IP 3C atau ASTM 61C. Atur posisi gabus dan termometer sedemikian rupa hingga rapat, letakkan termometer dan tabung uji pada satu sumbu, dan bola termometer tercelup sehingga awal kapiler 3 mm di bawah permukaan sampel uji.

8.3. Untuk pengukuran titik tuang, tempatkan sampel uji di dalam tabung uji sebagai persiapan penanganan awal sebagai berikut:

8.3.1 *Sampel uji yang mempunyai titik tuang di atas -33 °C* — Panaskan sampel uji tanpa diaduk sampai 9 °C di atas titik tuang yang diperkirakan, tetapi minimum sampai 45 °C, di dalam penangas temperatur dijaga 12 °C di atas titik tuang yang diperkirakan, tetapi minimum 48 °C. Pindahkan tabung uji ke dalam penangas bertemperatur (24±1,5) °C dan pengamatan titik tuang dimulai. Jika menggunakan penangas cairan, pastikan bahwa ketinggian cairan berada di antara tanda pengisian pada tabung uji dan ujung atas tabung uji.

8.3.2 Sampel uji yang mempunyai titik tuang -33°C dan di bawahnya— Panaskan sampel uji tanpa diaduk sampai 45 °C dalam penangas bertemperatur (48±1,5) °C. Pindahkan tabung uji ke dalam penangas yang temperaturnya dipertahankan pada (24±1,5) °C. Jika menggunakan penangas cairan, pastikan bahwa ketinggian cairan berada di antara tanda pengisian pada tabung uji dan ujung atas tabung uji. Jika temperatur sampel uji mencapai 27 °C, pindahkan termometer pengukur titik kabut dan titik tuang yang tinggi dan ganti dengan termometer pengukur titik kabut dan titik tuang yang lebih rendah. Pindahkan tabung uji ke penangas pendingin (lihat 8.6.1).

8.4 Periksa bahwa cakram, gasket dan bagian dalam jaket bersih dan kering. Tempatkan cakram pada dasar jaket. Pasang gasket disekeliling tabung uji, 25 mm dari dasar tabung uji. Masukkan tabung uji kedalam jaket. Jangan menempatkan tabung uji secara langsung ke dalam media pendingin.

8.2 Close the test jar with the cork carrying the high-pour thermometer (5.2). In the case of pour points above 36 °C, use a higher range thermometer such as IP 3C or ASTM 61C. Adjust the position of the cork and thermometer so the cork fits tightly, the thermometer and the jar are coaxial, and the thermometer bulb is immersed so the beginning of the capillary is 3 mm below the surface of the specimen.

8.3 For the measurement of pour point, subject the specimen in the test jar to the following preliminary treatment:

8.3.1 *Specimens Having Pour Points above -33 °C* — Heat the specimen without stirring to 9 °C above the expected pour point, but at least to 45 °C, in a bath maintained at 12 °C above the expected pour point, but at least 48 °C. Transfer the test jar to a bath maintained at (24±1,5) °C and commence observations for pour point. When using a liquid bath, ensure that the liquid level is between the fill mark on the test jar and the top of the test jar.

8.3.2 Specimens having pour points of -33 °C and below— Heat the specimen without stirring to 45 °C in a bath maintained at (48 ± 1,5) °C. Transfer the test jar to a bath maintained at (24 ± 1,5) °C. When using a liquid bath, ensure that the liquid level is between the fill mark on the test jar and the top of the test jar. When the specimen temperature reaches 27 °C, remove the high cloud and pour thermometer, and place the low cloud and pour thermometer in position. Transfer the test jar to the cooling bath (see 8.6.1).

8.4 See that the disk, gasket, and the inside of the jacket are clean and dry. Place the disk in the bottom of the jacket. Place the gasket around the test jar, 25 mm for the bottom. Insert the test jar in the jacket. Never place a jar directly into the cooling medium.



8.5 Setelah sampel uji didinginkan untuk membiarkan pembentukan kristal-kristal lilin parafin, berhati-hatilah jangan sampai mengganggu massa sampel uji atau merubah letak termometer; adanya gangguan yang terjadi pada kristal lilin akan menyebabkan hasil yang rendah dan menimbulkan kesalahan.

8.6 Titik tuang dinyatakan dalam bilangan bulat positif atau negatif setiap kelipatan 3°C. Mulai menguji titik tuang ketika temperatur sampel uji 9 °C di atas titik tuang yang diharapkan (diperkirakan sebagai kelipatan 3 °C). Pada setiap pembacaan termometer dilakukan pada kelipatan 3 °C di bawah temperatur permulaan mengambil tabung uji dari jaket. Untuk menghilangkan kondensasi uap air permukaan tabung uji dilap dengan kain bersih yang dibasahi alkohol (metanol atau etanol). Miringkan tabung secukupnya sampai ada gerakan sampel uji dalam tabung uji. Waktu untuk mengangkat, menggelap dan mengembalikan tabung uji harus tidak lebih dari 3 detik.

8.6.1 Apabila sampel uji masih mengalir ketika temperaturnya mencapai 27 °C, pindahkan tabung uji ke selubung dalam bak pendingin dipertahankan pada  $(0 \pm 1,5) ^\circ \text{C}$ . Spesimen terus mendapat perlakuan supaya lebih dingin, pindahkan tabung uji ke selubung di penangas pendingin lainnya yang temperaturnya lebih rendah sesuai dengan Tabel 1.

8.6.2 Jika sampel uji di dalam tabung uji tidak menunjukkan gerakan saat dimiringkan, pegang tabung dalam posisi horisontal selama 5 detik, dengan pencatat waktu yang tepat dan diamati secara benar. Bila sampel uji masih bergerak, segera kembalikan ke dalam jaket dan ulangi uji alir pada temperatur berikutnya, 3 °C lebih rendah.

8.7 Lanjutkan cara ini sampai kondisi sampel uji tidak bergerak bila tabung uji dipegang dalam posisi horisontal selama 5 detik. Catat pembacaan termometer uji.

8.5 After the specimen has cooled to allow the formation of paraffin wax crystals, take great care not to disturb the mass of specimen nor permit the thermometer to shift in the specimen; any disturbance of the spongy network of wax crystals will lead to low and erroneous results.

8.6 Pour points are expressed in integers that are positive or negative multiples of 3 °C. Begin to examine the appearance of the specimen when the temperature of the specimen is 9 °C above the expected pour point (estimated as a multiple of 3 °C). At each test thermometer reading that is a multiple of 3 °C below the starting temperature remove the test jar from the jacket. To remove condensed moisture that limits visibility wipe the surface with a clean cloth moistened in alcohol (ethanol or methanol). Tilt the jar just enough to ascertain whether there is a movement of the specimen in the test jar. The complete operation of removal, wiping, and replacement shall require not more than 3 s.

8.6.1 If specimen has not ceased to flow when its temperature has reached 27 °C, transfer the test jar to a jacket in a cooling bath maintained at  $(0 \pm 1,5) ^\circ \text{C}$ . As the specimen continues to get colder, transfer the test jar to a jacket in the next lower temperature cooling bath in accordance with Table 1.

8.6.2 If the specimen in the jar does not show movement when tilted, hold the jar in a horizontal position for 5 s, as noted by an accurate timing device and observe carefully. If the specimen shows any movement, replace the test jar immediately in the jacket and repeat a test for flow at the next temperature, 3 °C lower.

8.7 Continue in this manner until a point is reached at which the specimen shows no movement when the test jar is held in a horizontal position for 5 s. Record the observed reading of the test thermometer.



8.8 Untuk sampel uji berwarna hitam, *cylinder stock*, dan minyak bakar bukan distilat, hasil yang diperoleh dari prosedur yang diuraikan dalam subpasal 8.1 sampai 8.7 adalah titik tuang tertinggi (maksimum). Bila diinginkan, tentukan titik tuang terendah (minimum) dengan memanaskan sampel sambil diaduk hingga 105 °C, tuangkan sampel kedalam tabung uji, dan tentukan titik tuang seperti yang diuraikan dalam subpasal 8.4 sampai 8.7.

8.9 Beberapa spesifikasi mengijinkan batas temperatur titik tuang tidak habis dibagi 3 °C. Pada kasus ini pengukuran titik tuang dapat dilakukan dengan cara sebagai berikut: Pengamatan sampel uji dimulai pada saat temperatur mencapai 9 °C di atas spesifikasi titik tuang. Lanjutkan pengamatan dengan interval penurunan temperatur 3 °C, seperti yang diuraikan dalam subpasal 8.6 dan 8.7 hingga temperatur spesifikasi tercapai. Laporkan sampel sebagai lulus atau gagal mencapai batas spesifikasi.

8.8 For black specimen, cylinder stock, and non distillate fuel specimen, the result obtained by the procedure described in 8.1 through 8.7 is the upper (maximum) pour point. If required, determined the lower (minimum) pour point by heating the sample while stirring, to 105 °C, pouring it into the jar, and determining the pour point as described in 8.4 through 8.7.

8.9 Some specifications allow for a pass/ fail test or have pour point limits at temperatures not divisible by 3 °C. In these case, it is acceptable practice to conduct the pour point measurement according to the following schedule: Begin to examine the appearance of the specimen when the temperature of the specimen is 9 °C above the specification pour point. Continue observations at is 3 °C intervals as described in 8.6 and 8.7 until the specification temperature is reached. Report the sample as passing or failing the specification limit.

**Tabel 1 - Kisaran temperatur penangas dan sampel**  
**Table 1 - Bath and sample temperature ranges**

Bath	Bath temperature setting, °C	Sample temperature range, °C
1	0 ± 1,5	Start to 9
2	-18 ± 1,5	9 to -6
3	-33 ± 1,5	-6 to -24
4	-51 ± 1,5	-24 to -42
5	-69 ± 1,5	-42 to -60

## 9 Perhitungan dan pelaporan

9.1 Tambahkan 3 °C pada temperatur yang dicatat pada 8.7 dan laporkan hasil tersebut sebagai titik tuang ASTM D97. Untuk *black oil*, dan lainnya, tambahkan 3 °C pada temperatur yang dicatat pada subpasal 8.7 dan laporkan sebagai titik tuang atas, ASTM D 97, atau titik tuang bawah, ASTM D 97, sesuai kebutuhan.

## 9 Calculation and report

9.1 Add 3 °C to the temperature recorded in 8.7 and report the result as the Pour Point, ASTM D 97. For black oil, and so forth, add 3 °C to the temperature recorded in 7.7 and report the result as Upper Pour Point, ASTM D 97, or Lower Pour Point, ASTM D 97, as required.

## 10 Ketelitian dan bias

10.1 Ketelitian—Ketelitian metode uji ini ditentukan oleh perhitungan secara statistik dari hasil tes antar laboratorium sebagai

## 10 Precision and bias

10.1 Precision—The precision of this test method as determined by the statistical examination of the interlaboratory test results



berikut:

is as follows:

#### 10.1.1 Minyak Lumas<sup>6</sup> :

#### 10.1.1 Lubricating oil<sup>6</sup> :

10.1.1.1 *Repeatability*—Perbedaan antara dua hasil uji, yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang tetap, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metode uji, yang melebihi 6 °C hanya satu dalam dua puluh kasus. Perbedaan yang lebih besar dari ini dipertimbangkan untuk dicurigai.

10.1.1.1 *Repeatability*—The difference between successive test results, obtained by the same operator using the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of this test method, exceed 6 °C only in one case in twenty. Differences greater than this should be considered suspect.

10.1.1.2 *Reproducibility*—Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator yang berbeda, bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi yang normal dan benar dari metode uji, yang melebihi 9 °C hanya satu dalam dua puluh kasus. Perbedaan yang lebih besar dari ini dipertimbangkan untuk dicurigai.

10.1.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent test results, obtained by different operators working in different laboratories on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of this test method, exceed 9 °C only in one case in twenty. Differences greater than this should be considered suspect.

10.1.1.3 Pernyataan ketelitian<sup>6</sup> didapatkan dari program uji antar laboratorium tahun 1998 menggunakan Metode D6300. Peserta menganalisa lima set duplikat minyak lumas dasar, tiga set duplikat minyak lumas *multigrade*, dan satu set masing-masing duplikat minyak lumas hidrolik dan minyak lumas transmisi otomatis pada kisaran temperatur -51 sampai -11 °C. Tujuh laboratorium berpartisipasi sesuai petunjuk pada Metode Uji D97. Informasi jenis sampel-sampel uji dan rata-rata titik tuangnya disajikan dalam Laporan Penelitian D02-1499<sup>6</sup>.

10.1.1.3 The precision statements<sup>6</sup> were derived from a 1998 interlaboratory test program using Practice D6300. Participants analyzed five sets of duplicate base oils, three sets of duplicate multigrade lubricating oils, and one set each of duplicate hydraulic oils and automatic transmission fluid in the temperature range of -51 to -11 °C. Seven laboratories participated with the manual Test Method D97. Information on the type of samples and their average pour points are in Research Report D02-1499.<sup>6</sup>

**CATATAN 2** Pernyataan ketelitian adalah nilai-nilai turunan dari pembulatan ke nilai interval pengujian berikutnya. Nilai yang sebenarnya dihasilkan dari nilai ketelitian yang terdapat pada Tabel X1.1.

**NOTE 2** The precision statements are the derived values rounded up to the next testing interval value. The actual derived precision values appear in Table X1.1.

<sup>6</sup>Data pendukung (hasil dari program uji kooperatif antar laboratorium tahun 1998) telah diajukan di ASTM *International Headquarters* dan dapat diperoleh dengan meminta *Research Report D02-1499*.

<sup>6</sup>Supporting data (the results of the 1998 interlaboratory cooperative test program) have been filed at ASTM *International Headquarters* and may be obtained by requesting *Research Report D02-1499*.



### 10.1.2 *Middle distillate* dan minyak bakar residu<sup>7</sup>:

**10.1.2.1 Repeatability**—Perbedaan antara hasil-hasil uji yang berurutan, diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang tetap, dengan material uji yang sama, jumlah pengujian banyak dalam waktu yang lama, pada operasi yang normal dan benar dari metode uji, yang perbedaannya melebihi 3 °C hanya satu dalam dua puluh kasus. Perbedaan yang lebih besar dari 3 °C harus diragukan.

**10.1.2.2 Reproducibility**—Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator yang berbeda, bekerja dalam laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, jumlah pengujian banyak dalam waktu yang lama, dalam operasi yang normal dan benar dari metode uji, yang perbedaannya melebihi 9 °C hanya satu dalam dua puluh kasus. Perbedaan yang lebih besar dari 9 °C harus diragukan.

**10.1.2.3 Pernyataan ketelitian<sup>7</sup>** disiapkan dari 16 data *middle distillate* dan residu minyak bakar yang diuji oleh 12 laboratorium uji. Rentang titik tuang bahan bakar–33 sampai +51 °C.

**CATATAN 3** Pernyataan ketelitian adalah nilai-nilai turunan dari pembulatan ke nilai interval pengujian berikutnya. Nilai yang sebenarnya dihasilkan dari nilai ketelitian yang muncul pada Tabel X1.1.

**CATATAN 4** Pernyataan Ketelitian 10.1.2 tidak diketahui apakah telah diturunkan dengan menggunakan Metode D6300.

**10.2 Bias**—Belum ada kriteria untuk menentukan bias dalam kombinasi uji produk ini, tidak ada pernyataan bias yang dapat dibuat.

## 11 Kata kunci

11.1 produk minyak bumi; titik tuang

<sup>7</sup> Berdasarkan hasil program uji kooperatif antar laboratorium tahun 1983

### 10.1.2 Middle Distillate and Residual Fuel<sup>7</sup>:

**10.1.2.1 Repeatability**—The difference between successive test results, obtained by the same operator using the same apparatus under constant operating conditions on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of this test method, exceed 3 °C only in one case in twenty. Differences greater than this should be considered suspect.

**10.1.2.2 Reproducibility**—The difference between two single and independent test results, obtained by different operators working in different laboratories on identical test material, would in the long run, in the normal and correct operation of this test method, exceed 9 °C only in one case in twenty. Differences greater than this should be considered suspect.

**10.1.2.3 The precision statements<sup>7</sup>** were prepared with data on sixteen middle distillate and residual fuels tested by twelve cooperators. The fuelshad pour points ranging from –33 to + 51 °C.

**NOTE 3** The precision statements are the derived values rounded up to the next testing interval value. The actual derived precision values can be seen in Table X1.1.

**NOTE 4** The precisions in 10.1.2 are not known to have been derived using Practice D6300.

**10.2 Bias**—There being no criteria for measuring bias in these test-product combinations, no statement of bias can be made.

## 11 Keywords

11.1 petroleum products; pour poin

<sup>7</sup> Based on the results of the 1983 interlaboratory cooperative test program.



**Lampiran**  
(Informatif)  
**X.1 Nilai ketelitian turunan aktual**

**Appendix**  
(Nonmandatory Information)  
**X1. Actual derived precision values**

X1.1 Lihat Tabel X.1.1

X1.1 See Table X1.1.

**Tabel X1.1 - Nilai presisi aktual yang diturunkan**  
**Table X1.1 - Actual derived precision values**

<b>Tingkat kepercayaan 95%</b> <b>95% Confidence</b>	<b>Program penelitian</b> <b>minyak lumas 1998,</b> <b>°C</b> <b>1998 Research</b> <b>program lubricating</b> <b>oil, °C</b>	<b>Program penelitian</b> <b><i>middle distillate</i> dan</b> <b><i>residual fuels</i>, °C</b> <b>1983 Research</b> <b>program</b> <b><i>middle distillate and</i></b> <b><i>residual fuels</i>, °C</b>
<i>Repeatability</i>	5,3	2,5
<i>Reproducibility</i>	8,0	6,6

**Ringkasan perubahan**

**Summary of changes**

Subkomite D02.07 telah mengidentifikasi beberapa letak perubahan dari standar ini sejak penerbitan terakhir (D 97-08) yang mungkin memiliki dampak terhadap penggunaan standar ini. (Disetujui 15 April 2009)

Subcommittee D02.07 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D97-08) that may impact the use of this standard. (Approved April 15, 2009.)

- (1) Revisi 12.4.5
- (2) Appendix X1 dihapus

- (1) Revised 1.1.
- (2) Deleted Appendix X1.

Subkomite D02.07 telah mengidentifikasi beberapa letak perubahan dari standar ini sejak penerbitan terakhir (D 97-07) yang mungkin memiliki dampak terhadap penggunaan standar ini. (Disetujui 1 September 2008)

Subcommittee D02.07 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D97-07) that may impact the use of this standard. (Approved Sept. 1, 2008.)

- (1) Revisi 6.7.

- (1) Revised 6.7.

Subkomite D02.07 telah mengidentifikasi beberapa letak perubahan dari standar ini sejak penerbitan terakhir (D 97-06) yang mungkin memiliki dampak terhadap penggunaan standar ini. (Disetujui 1 Desember 2007)

Subcommittee D02.07 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D97-06) that may impact the use of this standard. (Approved Dec. 1, 2007.)

- (1) Revisi 6.7.
- (2) Revisi 8.3.2

- (1) Revised 6.7.
- (2) Revised 8.3.2.